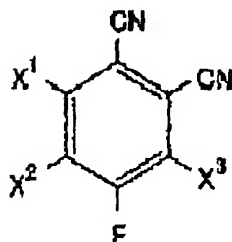
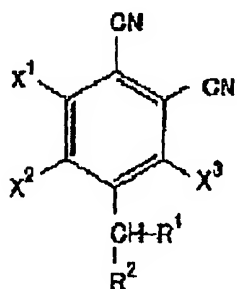
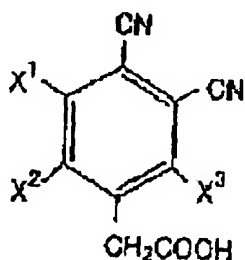


PatentWeb  
HomeEdit  
SearchReturn to  
Patent List

Help

☐ Include in patent order**MicroPatent<sup>®</sup> Worldwide PatSearch:** Record 1 of 1

Family Lookup

JP2000327652

PHTHALONITRILE DERIVATIVE AND ITS PRODUCTION

NIPPON SHOKUBAI CO LTD

Inventor(s): IKENO IKUYO

Application No. 11136706 , Filed 19990518 , Published 20001128

**Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a new compound having a specific structure, useful as a medicine, an antimicrobial agent, etc., or an intermediate for producing the medicine, the antimicrobial agent, etc.

SOLUTION: This compound is shown by formula I (X1 and X3 are each H, a halogen, an alkyl or like) [e.g. 2-(3,4-dicyano-2,5,6- trifluorophenyl)acetic acid]. This compound is shown by formula II to R3 are each cyano or a COOR3 (R3 is an alkyl) [e.g. diethyl 2-(3,4- dicyano-2,5,6-trifluorophenyl) malonate]. A compound of formula III (e.g. 3,4-difluorophthalonitrile) is reacted with a compound of the formula R2CH2R1 in the presence of a basic compound (e.g. NaH) to give the compound of formula II, which is reacted in the presence of an acid catalyst (e.g. sulfuric acid) to give the compound of formula I.

**Int'l Class:** C07C25557 B01J02706 C07C25330 C07C25551 C07C25554 C07B06100

**MicroPatent Reference Number:** 001745804

**COPYRIGHT:** (C) 2000 JPO



---

For further information, please contact:  
[Technical Support](#) | [Billing](#) | [Sales](#) | [General Information](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-327652

(P2000-327652A)

(43) 公開日 平成12年11月28日 (2000. 11. 28)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>8</sup> (参考)
C 0 7 C 255/57		C 0 7 C 255/57	4 H 0 0 6
B 0 1 J 27/06		B 0 1 J 27/06	X 4 H 0 3 9
C 0 7 C 253/30		C 0 7 C 253/30	
255/51		255/51	
255/54		255/54	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平11-136706

(22) 出願日 平成11年5月18日 (1999. 5. 18)

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 池野 育代

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社

日本触媒内

Fターム(参考) 4H006 AA01 AA02 AB03 AB20 AB84

AC24 AC46 BA02 BA32 BA69

BB14 BB20 BB22 BB25 BB31

BC10 BC34 BS10

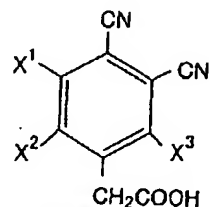
4H039 CA65 CG20 CG40

(54) 【発明の名称】 フタロニトリル誘導体およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 一般式(1)：

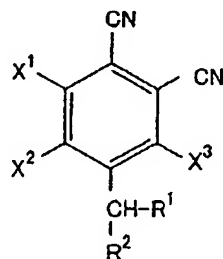
【化1】



(1)

(X<sup>1</sup>~X<sup>3</sup>：水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシル基)、または一般式(2)：

【化2】

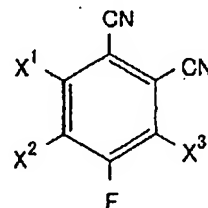


(2)

(X<sup>1</sup>~X<sup>3</sup>：上記と同じ、R<sup>1</sup>~R<sup>2</sup>：シアノ基またはC O O R<sup>3</sup> (R<sup>3</sup>はアルキル基))で表される新規なフタロニトリル誘導体、およびその製造法を提供する。

【解決手段】 一般式(3)：

【化3】



(3)

(記号：上記と同じ)の化合物と一般式(4)：

【化4】



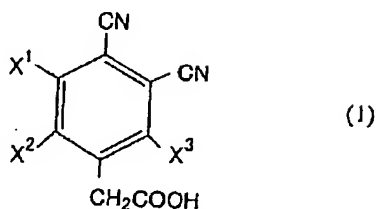
(4)

(記号：上記と同じ)の化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させて一般式(2)のフタロニトリル誘導体を製造する。このフタロニトリル誘導体を酸触媒の存在下に反応させて一般式(1)のフタロニトリル誘導体を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)：

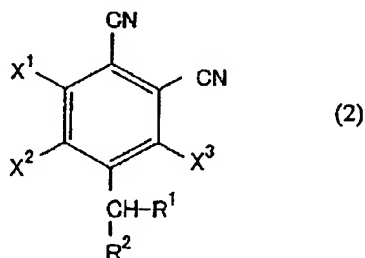
【化1】



(式中、X<sup>1</sup>～X<sup>3</sup>はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシ基である)で表されるフタロニトリル誘導体(A)。

【請求項2】 一般式(2)：

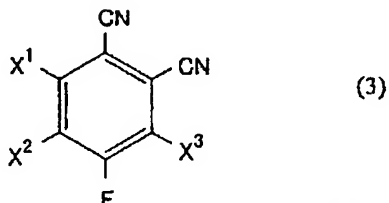
【化2】



(式中、X<sup>1</sup>～X<sup>3</sup>はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシ基であり、R<sup>1</sup>～R<sup>2</sup>はそれぞれ独立してシアノ基またはC O O R<sup>3</sup> (ここで、R<sup>3</sup>はアルキル基である))で表されるフタロニトリル誘導体(B)。

【請求項3】 一般式(3)：

【化3】



(式中、X<sup>1</sup>～X<sup>3</sup>はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシ基である)で表される化合物と一般式(4)：

【化4】

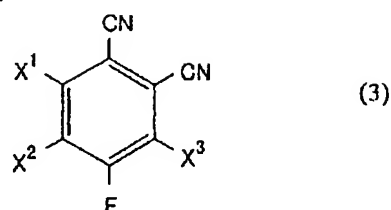


(式中、R<sup>1</sup>～R<sup>2</sup>はそれぞれ独立してシアノ基またはC O O R<sup>3</sup> (ここで、R<sup>3</sup>はアルキル基である))で表される化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させることを特徴とする請求項2のフタロニトリル誘導体(B)の製造方法。

【請求項4】 請求項2のフタロニトリル誘導体(B)を酸触媒の存在下に反応させることを特徴とする請求項1のフタロニトリル誘導体(A)の製造方法。

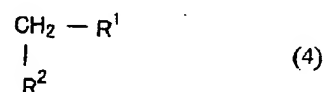
【請求項5】 一般式(3)：

【化5】



(式中、X<sup>1</sup>～X<sup>3</sup>はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシ基である)で表される化合物と一般式(4)：

【化6】



(式中、R<sup>1</sup>～R<sup>2</sup>はそれぞれ独立してシアノ基またはC O O R<sup>3</sup> (ここで、R<sup>3</sup>はアルキル基である))で表される化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させて請求項2のフタロニトリル誘導体(B)を製造し、次いでこのフタロニトリル誘導体(B)を酸触媒の存在下に反応させることを特徴とする請求項1のフタロニトリル誘導体(A)の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はフタロニトリル誘導体およびその製造方法、詳しくは2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジエチル、2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)酢酸などに代表される新規なフタロニトリル誘導体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】後記の一般式(1)および(2)で表されるフタロニトリル誘導体は、その構造から、医薬品、抗菌剤などとして、あるいは医薬品、抗菌剤などを製造するための中間体などとして利用されることが期待されるものである。これら化合物は未だ知られていない新規な物質である。

【0003】

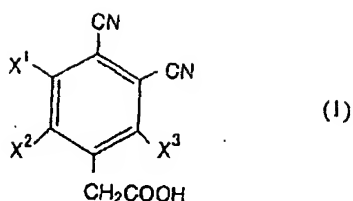
【発明が解決しようとする課題】本発明は新規な化学物質およびその製造方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、一般式(1)：

【0005】

【化7】

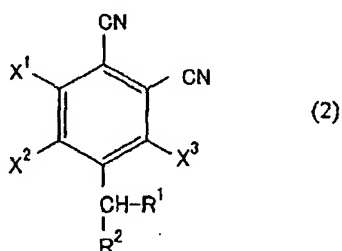


【0006】(式中、X¹～X³はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシル基である)で表されるフタロニトリル誘導体(A)である。

【0007】また、本発明は、一般式(2)：

【0008】

【化8】

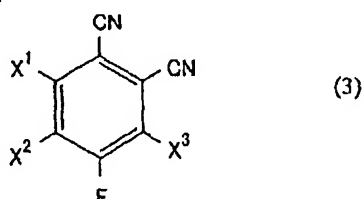


【0009】(式中、X¹～X³は上記と同じであり、R¹～R²はそれぞれ独立してシアノ基またはCOOR³(ここで、R³はアルキル基である))で表されるフタロニトリル誘導体(B)である。

【0010】また、本発明は、一般式(3)：

【0011】

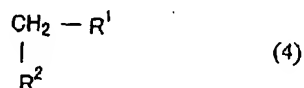
【化9】



【0012】(式中、X¹～X³は上記と同じである)で表される化合物と一般式(4)：

【0013】

【化10】



【0014】(式中、R¹～R²は上記と同じである)で表される化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させることを特徴とする上記フタロニトリル誘導体(B)の製造方法である。

【0015】また、本発明は、上記フタロニトリル誘導体(B)を酸触媒の存在下に反応させることを特徴とする上記フタロニトリル誘導体(A)の製造方法である。

【0016】さらに、本発明は、一般式(3)で表される化合物と一般式(4)で表される化合物とを塩基性化

合物の存在下に反応させて上記フタロニトリル誘導体(B)を製造し、次いでこのフタロニトリル誘導体(B)を酸触媒の存在下に反応させることを特徴とする上記フタロニトリル誘導体(A)の製造方法である。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明のフタロニトリル誘導体(A)は一般式(1)で表されるものであり、一般式(1)において、X¹～X³はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシル基である。ハロゲン原子としてはフッ素原子が好ましい。また、アルキル基およびアルコキシル基としては、それぞれ、炭素数1～6のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基およびt-ブチル基)、および炭素数1～6のアルコキシル基(例えば、メトキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基、イソブトキシ基およびt-ブトキシ基)が好ましい。なかでも、X¹～X³のうち少なくとも一つがフッ素原子である化合物が好ましい。

【0018】一般式(1)で表されるフタロニトリル誘導体(A)の代表例を挙げると次のとおりである。

【0019】

2-(3,4-ジシアノ-2-フルオロフェニル)酢酸  
2-(3,4-ジシアノ-5-フルオロフェニル)酢酸  
2-(3,4-ジシアノ-6-フルオロフェニル)酢酸  
2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロフェニル)酢酸

2-(3,4-ジシアノ-2,6-ジフルオロフェニル)酢酸

2-(3,4-ジシアノ-5,6-ジフルオロフェニル)酢酸

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロ-6-メチルフェニル)酢酸

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロ-6-メトキシフェニル)酢酸

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)酢酸

フタロニトリル誘導体(B)は一般式(2)で表されるものであり、この一般式(2)において、X¹～X³は前記と同意義であり、R¹、R²はそれぞれ独立してシアノ基またはCOOR³(ここで、R³はアルキル基である)である。アルキル基としては、炭素数1～6、特に炭素数1～4のアルキル基が好ましい。

【0020】一般式(2)で表されるフタロニトリル誘導体(B)の代表例を挙げると次のとおりである。

【0021】2-(3,4-ジシアノ-2-フルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-5-フルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-6-フルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロフェニル)マロン酸ジエチル

ン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,6-ジフルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-5,6-ジフルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロ-6-メチルフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5-ジフルオロ-6-メトキシフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジメチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジエチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジプロピル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジイソプロピル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジブチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジイソブチル

2-(3,4-ジシアノ-2,5,6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジセブチル

一般式(2)で表されるフタロニトリル誘導体(B)は前記の一般式(3)で表される化合物と一般式(4)で表される化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させることにより得られる。

【0022】出発原料である一般式(3)で表される化合物において、 $X^1 \sim X^3$ はそれぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、アルキル基またはアルコキシ基である。ハロゲン原子としてはフッ素原子が好ましい。また、アルキル基およびアルコキシ基としては、それぞれ、炭素数1~6のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基およびセブチル基)、および炭素数1~6のアルコキシ基(例えば、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、イソプロポキシ基、*n*-ブトキシ基、イソブトキシ基およびセブトキシ基)が好ましい。なかでも、 $X^1 \sim X^3$ のうち少なくとも一つがフッ素原子である化合物が好ましい。

【0023】一般式(3)の化合物の代表例としては、3,4-ジフルオロフタロニトリル、3,5-ジフルオロフタロニトリル、4,5-ジフルオロフタロニトリル、3,4,5-トリフルオロフタロニトリル、3,4,6-トリフルオロ-5-メチルフタロニトリル、3,4,6-トリフルオロ-5-メトキシフタロニトリル、3,4,5,6-テトラフルオロフタロニトリルなどを挙げるこ

とができる。これらのなかでも、3,4,5,6-テトラフルオロフタロニトリルが好適に用いられる。

【0024】もう一つの出発原料である一般式(4)で表される化合物において、 $R^1 \sim R^2$ はそれぞれ独立してシアノ(CN)基または $COOR^3$ (ここで、 $R^3$ はアルキル基である)である。アルキル基としては、炭素数1~6、特に炭素数1~4のアルキル基が好ましい。

【0025】一般式(4)の化合物の代表例としては、マロン酸ジメチルエステル、マロン酸ジエチルエステル、マロン酸ジ*n*-プロピルエステル、マロン酸ジイソプロピルエステル、マロン酸ジ*n*-ブチルエステル、マロン酸ジイソブチルエステル、マロン酸ジセブチルエステル、マロノニトリル、シアノ酢酸メチル、シアノ酢酸エチルなどを挙げる事ができる。これらのうち、マロン酸ジメチルエステルおよびマロン酸ジエチルエステルが好適に用いられる。

【0026】一般式(3)で表される化合物と一般式(4)で表される化合物とを塩基性化合物の存在下に反応させて一般式(2)で表される化合物を製造する。この塩基性化合物としては、アルカリ金属の水素化物、アルカリ土類金属の水素化物、アルカリ金属の炭酸塩、アルカリ土類金属の炭酸塩、アルカリ金属のアルコラート、アルカリ土類金属のアルコラート、アミン類、環状アミン類およびピリジン類から選ばれる少なくとも一種を使用することができる。

【0027】塩基性化合物の代表例としては、水素化ナトリウム、水素化カリウム、水素化カルシウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ナトリウムメチラート、ナトリウムエチラート、ナトリウムプロピラート、ナトリウムイソプロピラート、ナトリウムブチラート、ナトリウムイソブチラート、ナトリウムセブチラート、カリウムメチラート、カリウムエチラート、カリウムプロピラート、カリウムイソプロピラート、カリウムブチラート、カリウムイソブチラート、カリウムセブチラート、マグネシウムメチラート、マグネシウムエチラート、マグネシウムプロピラート、マグネシウムイソプロピラート、マグネシウムブチラート、マグネシウムイソブチラート、マグネシウムセブチラート、カルシウムメチラート、カルシウムエチラート、カルシウムプロピラート、カルシウムイソプロピラート、カルシウムブチラート、カルシウムイソブチラート、カルシウムセブチラート、トリメチルアミン、トリエチルアミン、1-メチルピリジン、1-メチルピペリジン、1,4-ジメチルピペラジン、4-(ジメチルアミノ)ピリジン、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデセン、1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタンなどを挙げる事ができる。これらのうち、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、水素化ナトリウム、水素化カルシウム、ナトリウムメチラート、ナトリウムエチラート、ナトリウムセブチラート、カ

リウムメチラート、カリウムエチラートおよびカリウム  
トープチラートが好適に用いられる。

【0028】上記反応の機構は必ずしも明らかではない  
が、例えば一般式(4)で表される化合物としてマロン  
酸ジエチルを、また塩基性化合物として炭酸カリウムを  
用いる場合、カリウムがマロン酸ジエチルのメチレン基  
の水素原子と置換し、さらに一般式(3)の化合物のフ  
ッ素原子(パラ位)と置換して、フッ化カリウム(K  
F)として離脱しながら置換反応が進行するものと考え  
られている。なお、本発明はこのような理論的考察によ  
り限定されるものではない。

【0029】塩基性化合物の使用量は、一般式(3)で  
表される化合物1モルに対し、通常、0.1~10モル  
であり、好ましくは0.5~1.5モルである。塩基性  
化合物の不存在的下では反応は進行せず、また10モル  
以上を使用してもそれに見合った更なる収率の向上などは  
得られない。

【0030】上記反応は、通常、有機溶媒中で行う。有  
機溶媒としては、いずれの有機溶媒も使用できるが、な  
かでも非プロトン性極性有機溶媒が好適に用いられる。  
その代表例としては、N、N-ジメチルホルムアミド、  
N、N-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリド  
ン、ジメチルスルホキシド、テトラヒドロフラン、ジオ  
キサン、テトラメチル尿素などを挙げることができる。  
なお、塩基性化合物としてアルコールを用いる場合に  
は、アルコール溶媒が好適に用いられる。その代表例と  
しては、メタノール、エタノール、プロパノール、イソ  
プロパノール、ブタノール、イソブタノール、トープタ  
ノール、エチレングリコールなどを挙げることができ  
る。

【0031】反応温度は、通常、0~200℃であり、  
好ましくは20~100℃である。200℃を超える温  
度になると分解が起こるおそれがある。

【0032】一般式(3)で表される化合物と一般式  
(4)で表される化合物との割合については、通常、両  
者を等モル量で反応させるが、必要に応じてその割合を  
適宜変更してもよい。

【0033】反応終了後は、必要に応じて熟成する。反  
応ないしは熟成終了後、反応液を冷却することにより反  
応により副生されたフッ化カリウムなどの副生物を析出  
させた後、これら析出物をろ過して分離する。ろ液中に  
は一般式(2)で表されるフタロニトリル誘導体(B)  
が含まれているので、このろ液をそのまま次の反応に供  
しても、あるいはろ液から回収し、必要に応じて精製し  
た後、次の反応に供してもよい。

【0034】ろ液からの一般式(2)で表されるフタロ  
ニトリル誘導体(B)の回収、精製方法には特に制限は  
なく、例えば、ろ液をそのまま濃縮するか、あるいは内  
容物を溶解し得る非水溶性溶媒を添加し、塩酸などの酸  
からなる酸性水溶液で洗浄し、必要に応じて乾燥した

後、濃縮すればよい。もちろん、再結晶により化合物の  
純度を高めることもできる。

【0035】次に、一般式(2)で表されるフタロニ  
トリル誘導体(B)から一般式(1)で表されるフタロニ  
トリル誘導体(A)の製造方法について説明する。

【0036】一般式(1)で表されるフタロニトリル誘  
導体(A)は、一般式(2)で表されるフタロニトリル  
誘導体(B)を酸触媒の存在下に反応させて得られる。  
この反応により、一般式(2)で表されるフタロニトリ  
ル誘導体(B)の $-CH(R^1)R^2$ が加水分解・脱炭酸され  
て $CH_2COOH$ に変換される。この酸触媒としては、  
上記のような加水分解・脱炭酸反応に一般に用いられて  
いる酸触媒を用いることができ、その代表例としては、  
硫酸、塩酸、硝酸、ギ酸、酢酸、メタンスルホン酸、p  
-トルエンスルホン酸などを挙げることができる。これ  
らは単独でも、2種以上適宜混合して使用することもで  
きる。これらのうち、塩酸が好適に用いられる。

【0037】酸触媒の使用量は、一般式(2)で表され  
るフタロニトリル誘導体(B)1モルに対し、通常、  
0.01~50モルであり、好ましくは0.1~20モ  
ルである。

【0038】上記反応は、通常、水および/または有機  
溶媒中で行う。有機溶媒の代表例としては、N、N-ジ  
メチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド、  
N-メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド、テトラ  
ヒドロフラン、ジオキサン、テトラメチル尿素などを挙  
げることができる。

【0039】反応温度は、通常、0~300℃であり、  
好ましくは50~200℃である。反応終了後は、必要  
に応じて熟成する。反応ないしは熟成終了後、反応溶媒  
が水の場合は、例えば、反応液を冷却することにより目  
的物を析出させた後、ろ過によって回収する。得られた  
化合物は、必要に応じて、水などで洗浄、精製してもよ  
い。あるいは、反応液に非水溶性溶媒を添加して目的物  
を抽出し、抽出液を、必要に応じて水で洗浄し、乾燥し  
た後、濃縮すればよい。また、反応溶媒が有機溶媒の場  
合は、必要に応じて水で洗浄し、乾燥した後、濃縮すれ  
ばよい。

【0040】本発明の一般式(1)で表されるフタロニ  
トリル誘導体(A)および一般式(2)で表されるフタ  
ロニトリル誘導体(B)は医薬品、抗菌剤など、あるいは  
これらの中間体として有用なものである。

【0041】

【発明の効果】本発明の方法によれば、新規なフタロニ  
トリル誘導体(A)および(B)を簡便な方法により高  
収率で製造することができる。

【0042】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に具体的に  
説明する。

【0043】実施例1

<フタロニトリル誘導体(B)の製造>十分に窒素置換した4つ口フラスコに、フルオロフタロニトリルとしての3, 4, 5, 6-テトラフルオロフタロニトリル19.998gを仕込み、ジメチルホルムアミド70mlを加え溶解させた。さらに、マロン酸ジエチル16.018g、塩基性化合物としての炭酸カリウム16.618gを仕込んだ。攪拌下60℃に加熱し、6時間反応させた。

【0044】反応終了後放冷し、析出した結晶をろ過した。ろ液に1N-塩酸を加え、エーテルで抽出した。抽出液を硫酸ナトリウムで乾燥した。硫酸ナトリウムをろ別し、ろ液を濃縮し、結晶を32.454g得た。この結晶を<sup>19</sup>F-NMRで分析したところ、2-(3, 4-ジシアノ-2, 5, 6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジエチルが85.7%の純度で含まれていた。

【0045】この結晶をイソプロピルエーテルで再結晶したところ、結晶が24.370g得られた。この結晶を<sup>19</sup>F-NMRで分析したところ、2-(3, 4-ジシアノ-2, 5, 6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジエチルが100%の純度で含まれていた。

【0046】<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>): 1.32 (6H, t), 4.30 (4H, m), 5.04 (1H, s)

<sup>19</sup>F-NMR (CDCl<sub>3</sub>): CF<sub>3</sub>COOHを標準物質として用いた。

【0047】-52.5 (1F, m), -43.0 (1F, m), -28.1 (1F, m)

M/e=340

#### 実施例2

<フタロニトリル誘導体(A)の製造>4つ口フラスコに、実施例1で得られた2-(3, 4-ジシアノ-2, 5, 6-トリフルオロフェニル)マロン酸ジエチル0.121g、濃塩酸13.775gおよび酢酸12mlを仕込んだ。この混合物を攪拌下加熱し、103℃で3時間反応させた。

【0048】反応終了後放冷し、水を加え、析出した結晶をろ過した。得られたケーキを水で洗浄し、減圧下で乾燥したところ、結晶が4.539g得られた。この結晶を<sup>19</sup>F-NMRで分析したところ、2-(3, 4-ジシアノ-2, 5, 6-トリフルオロフェニル)酢酸が純度100%で含まれていた。

【0049】<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>): 4.03 (2H, s)

<sup>19</sup>F-NMR (CDCl<sub>3</sub>): -57.0 (1F, m), -48.6 (1F, m), -33.0 (1F, m)

#### フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

// C07B 61/00

識別記号

300

FI

C07B 61/00

テマード(参考)

300